

**Mottle improvement in aqueous pigmented ink jet inks**

Patent Number: ☐ EP0924272  
Publication date: 1999-06-23  
Inventor(s): REBOA PAUL FELICE (US); MA SHEAU-HWA (US)  
Applicant(s): DU PONT (US)  
Requested Patent: ☐ JP11263930  
Application Number: EP19980122258 19981123  
Priority Number(s): US19970993428 19971218  
IPC Classification: C09D11/00  
EC Classification: C09D11/00C2B, C09D11/00C8  
Equivalents: CN1232062  
Cited Documents: DE4328215; US5538549; EP0799870

---

**Abstract**

---

Aqueous ink compositions containing an aqueous vehicle; an insoluble colorant; a cationic polymeric dispersant; and a selected surfactant demonstrate improved uniformity of print density, and a significantly less mottled appearance on plain papers.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-263930

(43) 公開日 平成11年(1999) 9月28日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 9 D 11/00

C 0 9 D 11/00

B 4 1 M 5/00

B 4 1 M 5/00

E

審査請求 有 請求項の数 8 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願平10-358018

(22) 出願日 平成10年(1998)12月16日

(31) 優先権主張番号 08/993, 428

(32) 優先日 1997年12月18日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 390023674

イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・  
アンド・カンパニー

E. I. DU PONT DE NEMO  
URS AND COMPANY

アメリカ合衆国、デラウェア州、ウィルミ  
ントン、マーケット・ストリート 1007

(72) 発明者

シャウーワ マ

アメリカ合衆国 19317 ペンシルヴァニ  
ア州 チャッツ フォード コンステイテ  
ーション ドライブ 29

(74) 代理人 弁理士 谷 義一 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料で着色された水性インクジェットインキにおける斑点の改良

(57) 【要約】

【課題】 光学濃度、クロマ、分散安定性、2次色生成のような望ましいインキ特性の喪失を伴わずに、無地の紙上の均一な濃度および斑点の無い外観を有する出力を生成する、顔料で着色されたインクジェットインキの提供。

【解決手段】 (a) 水性ビヒクルと；(b) 不溶性着色剤と；(c) カチオン性ポリマー分散剤と；(d) (1) アミノキシド、(2) N-アルキルベタイン、(3) エトキシ化された長鎖アルコール、(4) アセチレンジオール、および(5) 長鎖アミン塩から成る群から選択される少なくとも1つの界面活性剤とを含むことを特徴とするインクジェットインキ。

## 【特許請求の範囲】

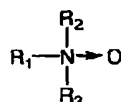
【請求項1】 (a) 水性ビヒクルと；

(b) 不溶性着色剤と；

(c) カチオン性ポリマー分散剤と；

(d) (1) 以下の式を有するアミノオキシド両性界面活性剤であって；

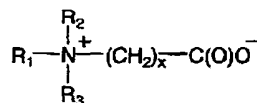
【化1】



ここで、 $R_2$  および  $R_3$  が H、 $C_1 - C_4$  アルキル、 $C_1 - C_4$  ヒドロキシアルキルの群から選択されてもよく； $R_1$  は、 $C_8 - C_{22}$  のアルキル、アリール、またはアルキルアリールであり、直鎖状または分枝状であってもよく、および  $-O-$ 、 $-N-$ 、 $-S-$ 、 $-C(O)-$ 、 $-C(O)O-$ 、 $-C(O)N-$ 、 $-S(O)_2N-$ 、または不飽和基を含有してもよいアミノオキシド両性界面活性剤と；

(2) 以下の式を有する N-アルキルベタイン両性界面活性剤であって；

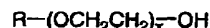
【化2】



ここで、 $x$  は 1~4 であり； $R_1$  は、アルキル、アリール、またはアルキルアリールであってもよく、直鎖状または分枝状であってもよく、および  $-O-$ 、 $-N-$ 、 $-S-$ 、 $-C(O)-$ 、 $-C(O)O-$ 、 $-C(O)N-$ 、 $-S(O)_2N-$ 、または不飽和基を含有してもよい  $C_8 - C_{22}$  であり； $R_2$  および  $R_3$  が H、 $C_1 - C_4$  アルキル、 $C_1 - C_4$  ヒドロキシアルキル、およびアルキル部分が  $C_1 - C_4$  であるカルボキシアルキルの群から選択されてもよく；または  $R_2$  および  $R_3$  が連結して、N、O、S からなる群から選択されるヘテロ原子を含有してもよい 5~6 員環構造を形成してもよい N-アルキルベタイン両性界面活性剤と；

(3) 以下の式を有するエトキシル化された長鎖アルコールの非イオン性界面活性剤であって；

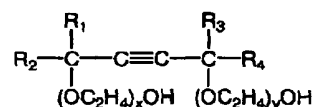
【化3】



ここで、 $R$  は、 $C_8 - C_{22}$  のアルキル、アリール、またはアルキルアリールであり、直鎖状または分枝状であってもよく、および  $-O-$ 、 $-N-$ 、 $-S-$ 、 $-C(O)-$ 、 $-C(O)O-$ 、 $-C(O)N-$ 、 $-S(O)_2N-$ 、または不飽和基を含有してもよく； $x$  は 2~100 である長鎖アルコールの非イオン性界面活性剤と；

(4) 以下のアセチレンジオール類であって、

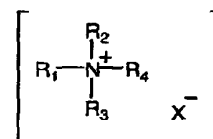
【化4】



ここで、 $x+y$  は 1~100 であり； $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$  および  $R_4$  は、直鎖状または分枝状である  $C_1 - C_{20}$  のアルキル、アリールおよびアルキルアリールの群から独立に選択されるアセチレンジオール類と；

(5) 以下の長鎖アミン塩類であって、

【化5】



ここで、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、および  $R_4$  が、H、 $C_1 - C_4$  アルキル、 $C_1 - C_4$  ヒドロキシアルキル、アルキル部分が  $C_1 - C_4$  であるカルボキシアルキル、ポリエチレンオキシド、および直鎖状または分枝状の  $C_8 - C_{22}$  アルキル、アリールまたはアルキルアリールからなる群から独立に選択され、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、および  $R_4$  のいずれか 2 つが連結して、N、O、S からなる群から選択されるヘテロ原子を含有してもよい 5~6 員環構造を形成してもよいことを条件とし、および少なくとも 1 つの  $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、および  $R_4$  が直鎖状または分枝状の  $C_8 - C_{22}$  アルキル、アリールまたはアルキルアリールであることをさらなる条件とし； $X$  が対イオンである長鎖アミン塩類とから成る群から選択される少なくとも 1 つの界面活性剤とを含むことを特徴とするインクジェットインキ。

【請求項2】 不溶性着色剤が顔料であることを特徴とする請求項1に記載のインクジェットインキ。

【請求項3】 請求項2に記載のインクジェットインキであって、前記界面活性剤が、セチルジメチルアミノオキシド；ミリスチルセチルジメチルアミノオキシド；ココアミドプロピルジメチルアミノオキシド；ココアミドプロピルベタイン；ラウラミドプロピルベタイン；オレイルベタイン；ココアンフォジプロピオン酸 2 ナトリウム塩； $C_{11} - C_{15}$  の第2級アルコールエトキシレート；エトキシル化された直鎖アルコール（50%エチレンオキシド）；エトキシル化されたステアリン酸；テトラメチルデシンジオール；エトキシル化されたテトラメチルデシンジオール（HLB=8.0）；エトキシル化されたテトラメチルデシンジオール（HLB=17.0）；N-アルキルトリメチルアンモニウムクロリド；N,N-ジアルキルジメチルアンモニウムクロリド；タロアルキルビス（ポリエトキシ）エチルアンモニウムエチル硫酸塩；およびメチルビス（2-ヒドロキシエチル）ココアンモニウムクロリドからなる群から選択されることを特徴とするインクジェットインキ。

【請求項4】 前記カチオン性ポリマー分散剤が、ABブロックポリマー、BABブロックポリマー、ABCブロックポリマー、分枝状ポリマー、およびランダムポリマーからなる群から選択されることを特徴とする請求項2に記載のインクジェットインキ。

【請求項5】 前記カチオン性ポリマー分散剤がブロックポリマーであり、およびここで、前記インキ組成物が、前記インキの総重量を基準として、約0.1から8重量%の顔料、0.1から8重量%のブロック共重合体、70から99.7重量%の水性ビヒクル、および約0.1重量%から約10重量%の界面活性剤を含むことを特徴とする請求項2に記載のインクジェットインキ。

【請求項6】 前記界面活性剤が、前記インキの総重量を基準として約0.1重量%から約10重量%の量で存在することを特徴とする請求項1に記載のインクジェットインキ。

【請求項7】 前記界面活性剤が、前記インキの総重量を基準として約0.5重量%から約3重量%の量で存在することを特徴とする請求項1に記載のインクジェットインキ。

【請求項8】 前記水性ビヒクルが、水および水溶性有機溶剤の混合物であることを特徴とする請求項1に記載のインクジェットインキ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェットプリンター用の水性インキに関し、およびより詳細には、付着されたインキの斑点のついた外観を軽減するための、カチオン性分散剤および界面活性剤を含有する顔料で着色された水性のインクジェットインキに関する。

【0002】

【従来の技術】インクジェット印刷は、電子的信号に応じて紙または透明フィルムのような基体上にインキの液滴を堆積させるノンインパクト印刷方法である。比較的に雑音の無い運転を兼備する、出力の低コストおよび高品質が、コンピュータとともに用いられる他の種類のプリンターよりも、インクジェットプリンターをよりポピュラーな選択肢にしてきた。染料および顔料の双方がインクジェットプリンター用のインキ着色剤として用いられてきている。一般に色特性に優れる染料ベースのインキは、顔料ベースのインキと比較して、いくつかの不利な点を有する。染料は通常水溶性であり、そして基体上で乾燥した後もそのままである。それらは流出した水に容易に再溶解し、およびその画像はフェルト・ペン・マーカ―との接触により汚される。加えて、染料は、顔料に比較して劣悪な光安定性を示し、およびオフィスの照明下でさえも褪色することが知られている。従って、染料ベースのインキは、耐水性およびより大きな光安定性を必要とする用途における使用に関して、多くの場合に不適当である。顔料が好ましい着色剤である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】微粒子の形態で着色剤を有する顔料で着色されたインキと染料ベースのインキとは、基体と、特に無地の紙と、異なる相互作用をする。顔料ベースのインキの場合、顔料粒子が紙の繊維の間の穴を最初に充填する傾向があるように見える。顔料の高充填を用いない場合、無地の紙の上のベタの区域の塗りつぶしにおいて着色剤の付着量は不均一であるように見え、そしてその出力はしみのような斑点のついた外観を有する。一方、高顔料充填は、粘度上昇、目詰まりなどの信頼性の問題点をもたらす。したがって、光学濃度、クロマ、分散安定性、2次色生成のような望ましいインキ特性の喪失を伴わずに、無地の紙上の均一な濃度および斑点の無い外観を有する出力を生成する、顔料で着色されたインクジェットインキに対する必要性が存在する。

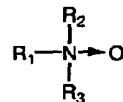
【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、

- (a) 水性ビヒクルと；
- (b) 不溶性着色剤と；
- (c) カチオン性ポリマー分散剤と；
- (d) (1) 以下の式を有するアミノキシド類であって；

【0005】

【化6】

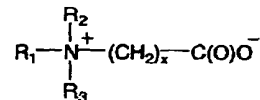


【0006】ここで、 $R_2$  および  $R_3$  がH、 $C_1 - C_4$  アルキル、 $C_1 - C_4$  ヒドロキシアルキルの群から選択されてもよく； $R_1$  は、 $C_8 - C_{22}$ のアルキル、アリール、またはアルキルアリールであり、直鎖状または分枝状であり、および-O-、-N-、-S-、-C(O)-、-C(O)O-、-C(O)N-、-S(O)<sub>2</sub>N-、または不飽和基を含有してもよいアミノキシド類；または

(2) 以下の式を有するN-アルキルベタイン類であって；

【0007】

【化7】



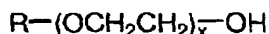
【0008】ここで、 $x$ は1~4であり； $R_1$  は、 $C_8 - C_{22}$ のアルキル、アリール、またはアルキルアリールであり、直鎖状または分枝状であり、および-O-、-N-、-S-、-C(O)-、-C(O)O-、-C(O)N-、-S(O)<sub>2</sub>N-、または不飽和基を含有

してもよく;  $R_2$  および  $R_3$  が  $H$ 、 $C_1 - C_4$  アルキル、 $C_1 - C_4$  ヒドロキシアリル、およびアルキル部分が  $C_1 - C_4$  であるカルボキシアリルの群から選択されてもよく; または  $R_2$  および  $R_3$  が連結して、 $N$ 、 $O$ 、 $S$  からなる群から選択されるヘテロ原子を含有してもよい5~6員環構造を形成してもよい  $N$ -アルキルペタイン両性界面活性剤;

(3) 以下の式を有するエトキシ化された長鎖アルコール類であって:

【0009】

【化8】

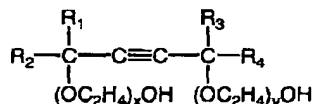


【0010】ここで、 $R$ は、 $C_8 - C_{22}$ のアルキル、アリール、またはアルキルアリールであり、直鎖状または分枝状であり、および  $-O-$ 、 $-N-$ 、 $-S-$ 、 $-C(O)-$ 、 $-C(O)O-$ 、 $-C(O)N-$ 、 $-S(O)_2N-$ 、または不飽和基を含有してもよく;  $x$ は2~100である長鎖アルコール類; または

(4) 以下のアセチレンジオール類であって、

【0011】

【化9】

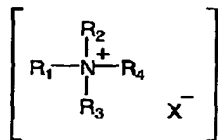


【0012】ここで、 $x+y$ は1~100、好ましくは4~50であり;  $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ および $R_4$ は、直鎖状または分枝状である  $C_1 - C_{20}$ のアルキル、アリールおよびアルキルアリールの群から独立に選択されるアセチレンジオール類; および

(5) 以下の長鎖アミン塩類であって、

【0013】

【化10】



【0014】ここで、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、および $R_4$ が、 $H$ 、 $C_1 - C_4$  アルキル、 $C_1 - C_4$  ヒドロキシアリル、アルキル部分が  $C_1 - C_4$  であるカルボキシアリル、ポリエチレンオキシド、および直鎖状または分枝状の  $C_8 - C_{22}$  アルキル、アリールまたはアルキルアリールからなる群から独立に選択され、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、および $R_4$ のいずれか2つが連結して  $N$ 、 $O$ 、 $S$  からなる群から選択されるヘテロ原子を含有してもよい5~6員環構造を形成してもよいことを条件とし、および少なくとも1つの  $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、および $R_4$ が直鎖状または分枝状の  $C_8 - C_{22}$  アルキル、アリールまたはアルキルアリールであることをさらなる条件とし;  $X$ が

対イオンである長鎖アミン塩からなる群から選択される少なくとも1つの界面活性剤とを含むことを特徴とするインクジェットインキを提供する。

【0015】本発明のインキは、安定であり、低粘度を有し、優秀な印刷品質を示し、乾燥後の優秀な汚れ抵抗性および良好な非キャップ(decap)すなわち固化(crusting)時間を提供する。特に、本発明のインキは、先行技術のインキと比較して光学濃度、分散安定性、およびクロマの損失を犠牲にすることなく、無地の紙の基体上の改良された斑点およびエッジの鋭さを示す。実際、続く実施例において証明されるように、いくつかの場合において本発明のインキは改良されたクロマおよび改良された2次色を示す。

【0016】本発明のインキは、コンティニュアス、圧電、ドロップ・オン・デマンドおよびサーマルまたはバブルジェットのドロップ・オン・デマンドのような種々のインクジェットプリンターとともに用いてもよく、およびサーマルインクジェットプリンターにおける使用に特に適合している。これらのインキはエアブラシ印刷装置においても有用である。

【0017】

【発明の実施の形態】本発明は、一般にインクジェットプリンター、および特にサーマルインクジェットプリンターにおける使用に関して特に適合するインクジェットインキ組成物を提供する。そのインキの本質的成分は、水性ビヒクル、不溶性着色剤、カチオン性ポリマー分散剤、および界面活性剤を含む。そのインキは、その他の成分を含有して、特定のインクジェットプリンターの必要条件にそのインキを適合させてもよいし、光安定性、汚れ抵抗性、粘度、表面張力、高光学濃度、および固化抵抗性(crust resistance)のバランスを提供してもよい。

【0018】水性ビヒクル

水性ビヒクルは、水または水と少なくとも1つの水溶性有機溶剤との混合物である。適当な混合物の選択は、望ましい表面張力および粘度、選択された着色剤、インキの乾燥時間、およびその上にインキが印刷される基体の種類のような具体的用途の必要条件に依存する。選択されてもよい代表的な水溶性有機溶剤は、米国特許第5,085,698号に開示されている。水とジエチレングリコールのような多価アルコールとの混合物が、水性ビヒクルとして好ましい。

【0019】水と水溶性溶剤の混合物が用いられるならば、水性ビヒクルは、通常約30%から約95%の水と、残り(すなわち70%から5%)の水溶性溶剤を含有する。好ましい組成は、水性ビヒクルの総重量を基準として、およそ60%から約95%の水である。

【0020】インキ中の水性ビヒクルの量は、およそ70%から99.7%の範囲内であり、有機顔料が選択されたときには好ましくはインキの総重量を基準として80

から99.7%であり、無機顔料が選択される時には好ましくは25から99.7%であり、および分散染料が選択されるときには80から99%である。

#### 【0021】不溶性着色剤

不溶性着色剤は、顔料または分散染料であってもよい。本発明の好ましい実施の形態において、不溶性着色剤は顔料である。有用な顔料は、単独または組み合わせで、広い範囲の有機および無機顔料を含む。顔料粒子は、インクジェット印刷装置を通して、特に通常10ミクロンから50ミクロンまでの範囲にわたる直径を有する噴出ノズルにおいて、インキの自由な流動を許すほど十分に小さい。粒子サイズは、そのインキの寿命の間ずっと重要である顔料分散安定性にもまた影響を有する。微細な粒子のブラウン運動は、その粒子を沈降しないようにすることを助ける。最大の色の濃さに関しても、小さい粒子を用いることが望ましい。有用な粒子サイズの範囲は、約0.005ミクロンから15ミクロンである。好ましくは、顔料粒子サイズは0.005から5ミクロンの範囲にあるべきであり、および最も好ましくは0.01から0.3ミクロンの範囲にあるべきである。

【0022】選択した顔料を、乾燥または湿潤の形態において用いてもよい。たとえば、顔料は通常水性媒質中で製造され、そして得られる顔料は水に湿潤したプレスケーキとして得られる。プレスケーキ形態において、顔料は、それが乾燥形態でしている程度までは凝集していない。したがって、水に湿潤したプレスケーキ形態の顔料は、乾燥顔料からインキを製造する方法におけるほどの脱凝集を必要としない。本発明の実施において用いられてもよい代表的な商業的乾燥およびプレスケーキ顔料は、1992年2月4日に発行された米国特許第5,085,698号に開示されている。

【0023】また、金属または金属酸化物の微細粒子を用いて本発明を実施してもよい。たとえば、金属および金属酸化物は磁性インクジェットインキの調製に適当である。シリカ、アルミナ、チタニア、その他同等のもののような微細粒子サイズの酸化物もまた選択されてもよい。さらに、銅、鉄、鋼、アルミニウム、および合金のような微細に分割された金属粒子もまた、適切な用途に対して選択されてもよい。

【0024】有機顔料の場合において、インキは約30重量%までの顔料を含有してもよいが、大抵のサーマルインクジェット印刷用途に関して、一般的にはインキ組成物全体の約1から15重量%、好ましくは約1から8重量%の範囲内である。もし無機顔料が選択されるならば、インキは、有機顔料を使用する同等のインキの場合よりも、高重量パーセントの顔料を含有する傾向があり、そして約50%ほどの高さであってもよい。なぜなら、無機顔料は一般的に有機顔料よりも大きな比重を有するからである。

【0025】分散染料もまた、不溶性着色剤として用い

てもよい。双方ともにインキ組成物中で不溶性であるが、顔料が印刷プロセスを通して微細粒子または結晶状態のままであるが、一方分散染料は印刷プロセス中のいくつかの時点で可溶性になるという点において、分散染料は顔料とは異なる。

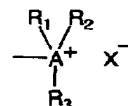
【0026】インキ中で用いられる分散染料の色および量は、主として選択の結果であり、インキを用いて達成される印刷物の望ましい色、染料の刺激純度(purity)、およびその強さに主に依存する。低濃度の染料は充分な色の鮮やかさを与えない可能性がある。高濃度は、印字ヘッドの劣悪な性能または許容できない暗い色を与える可能性がある。分散染料は、インキの総重量を基準として、0.01から20重量%の、好ましくは0.05から8重量%の、より好ましくは1から5重量%の量で存在してもよい。本発明に役に立つ可能性のある分散染料は、たとえば、米国特許第5,053,495号；米国特許第5,203,912号；および米国特許第5,102,448号に開示されている。

#### 【0027】カチオン性ポリマー分散剤

カチオン性ポリマー分散剤は、エチレン性不飽和ユニットから調製された主鎖を含み、かつモノマー上のカチオンユニットから誘導され、および下記一般式である少なくとも1つの側鎖イオン性部を有する。

【0028】

【化11】



【0029】ここで、AはN、P、またはSであり；R<sub>1</sub>～R<sub>3</sub>は、それぞれ独立に、H、1～20炭素原子のアルキルまたはアルキルエーテル、または6～15炭素原子を有するアリールまたはアルキルアリールであり、ただしAがSの場合にはR<sub>3</sub>は存在せず；およびX<sup>-</sup>は、ハライド、有機酸の共役塩基、および無機酸の共役塩基からなる群から選択されるアニオンである。

【0030】本発明を実施することに関して適当なカチオン性ポリマー分散剤は、ランダムポリマーまたはブロックおよび分枝の種類の共重合体のような構造化ポリマー(structured polymer)であってもよい。ランダムポリマーは、構造化ポリマーほど顔料分散を安定化することにおいて有効ではなく、したがって好ましくない。しかし、水溶性のための親水性部分および顔料との相互作用のための疎水性部分の双方、および分散安定性に寄与する平均分子量を有するランダムポリマーは、本発明を実施するために有効に用いることができる。そのようなランダムポリマー分散剤は、米国特許第4,597,794号に開示されている。

【0031】本発明を実施するために適当なブロックポリマーは、疎水性および親水性ブロックを有し、かつ分

散安定性に寄与するブロックサイズの平衡が保たれているAB, ABA, BAB, およびABCタイプの構造である。有用な分枝状すなわちグラフトポリマーに関して、親水性部分をその側鎖中に集中すると同時に疎水性部分を主鎖中に都合よく構築することができ、またその逆も可能である。顔料およびポリマー分散剤の間のより強い特殊な相互作用のために、官能基を疎水性（顔料と結合する）ブロックに組み込んで、改良された分散安定性を与えることが可能である。ブロックポリマーの詳細な記載は、前述の米国特許第5,085,698号；米国特許第5,272,201号、および米国特許第5,519,085号に見いだすことができる。

【0032】カチオン性ポリマー分散剤は、カチオン性ユニットを含有する少なくとも1つのモノマーとともにエチレン性不飽和ユニットから調製されてもよい。カチオン性モノマーは、重合される時に第3級または第4級立体配置にあってもよいし、またはより典型的かつ好ましくは、ベースとなるポリマー構造の形成の後に第4級または第3級の状態に変換されるアミン、ホスフィン、またはチオエーテル化合物の形態にあってもよい。カチオン性モノマーの例は、N,N-ジメチルアミノエチルメタクリレート、N,N-ジメチルアミノエチルアクリレート、N,N-ジエチルアミノエチルメタクリレート、N,N-ジエチルアミノエチルアクリレート、 $\alpha$ -ブチルアミノエチルメタクリレート、2-N-モルホリノエチルアクリレート、2-N-モルホリノエチルメタクリレート、2-トリメチルアンモニウムエチルアクリレートメチル硫酸塩、2-トリメチルアンモニウムエチルメタクリレート・クロリド、4-アミノスチレン、2-ビニルピリジン、ジフェニルビニルホスフィン、ビニルトリフェニルホスホニウムブロミド、アリルトリフェニルホスホニウムブロミド、アリルメチルスルフィド、およびフェニルビニルスルフィドを含む。メタクリル酸グリシジルの共重合体がジメチルアミンと反応することによりアミン基を結合させるように、官能性のモノマーまたはポリマーは、分子と反応して潜在的なカチオン中心を生成してもよい。

【0033】カチオン性ポリマーは、非イオン性のエチレン性不飽和モノマーをも含有する。特に構造化ポリマーの場合において、疎水性モノマーは、顔料と結合するセグメントを構築するために有効に用いられる。そのようなモノマーの有用な例は、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 $n$ -ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸フェニル、アクリル酸ベンジル、アクリル酸2-フェニルエチル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸 $n$ -ブチル、メタクリル酸 $\alpha$ -ブチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸ステアリル、メタクリル酸シクロヘキシ

ル、メタクリル酸フェニル、メタクリル酸ベンジル、メタクリル酸2-フェニルエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、酢酸ビニル、酪酸ビニル、およびその他同様のものを含む。エチレンオキシド基を含有するもののようないくつかの親水性非イオン性モノマーは、疎水性/親水性比の均衡を保つのに有効に用いることができる。そのようなモノマーの有用な例は、2-(2-メトキシエトキシ)エチルアクリレート、2-(2-メトキシエトキシ)エチルメタクリレート、エトキシトリエチレングリコールメタクリレート、メトキシポリエチレングリコール（分子量200~100）モノメタクリレート、ポリエチレングリコール（分子量200~1000）モノメタクリレート、およびその他同様のものを含む。

【0034】酢酸、ギ酸、シュウ酸、グリコール酸、 $p$ -トルエンスルホン酸等のような有機酸、および塩酸、硫酸、リン酸、硝酸のような無機酸からなる群から選択される酸を用いてアミン基を中和することにより、カチオン中心を生成してもよい。あるいはまた、塩化ベンジル、 $p$ -トルエンスルホン酸メチル、ジメチル硫酸、ヨウ化メチル等のようなアルキル化剤によって、第3級アミンをテトラアルキルアンモニウム基に変換してもよい。

【0035】カチオン性ホスホニウムおよびスルホニウム塩は、好ましくは、ハロゲン化されたポリマー（たとえば、2-ブロモエチルメタクリレートを含有するポリマー）を、トリフェニルホスフィンのような3置換ホスフィン類およびジメチルスルフィドのような2置換スルフィド類と、それぞれ反応させることにより形成される。

【0036】カチオン性ポリマーの量は、構造、分子量、およびポリマーの他の特性、およびインキ組成物の他の成分に依存する。本発明を実施する際に選択される分散剤ポリマーは、100,000未満の、好ましくは50,000未満の、および典型的には2,000から10,000の範囲内の数平均分子量を有する。ポリマー分散剤は、インキ組成物の総重量を基準として、0.1から25重量%の、好ましくは0.1から8重量%の量で存在する。もしその量が多すぎれば、望ましいインキの粘度を維持することが困難になる。もし充分な量のポリマーが存在しなければ、分散安定性が有害な影響を受ける。

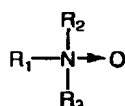
#### 【0037】分散剤

本発明の分散剤は、商業的供給源から一般的に入手可能である。

【0038】(1) 以下のアミノオキシド類であって、

【0039】

【化12】

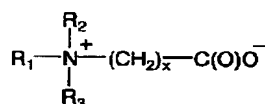


【0040】ここで、 $R_2$  および  $R_3$  が  $H$ 、 $C_1 - C_4$  アルキル、 $C_1 - C_4$  ヒドロキシアルキルの群から選択されてもよく； $R_1$  は、 $C_8 - C_{22}$  のアルキル、アリール、またはアルキルアリールであり、直鎖状または分枝状であり、および  $-O-$ 、 $-N-$ 、 $-S-$ 、 $-C(O)-$ 、 $-C(O)O-$ 、 $-C(O)N-$ 、 $-S(O)_2N-$ 、または不飽和基を含有してもよいアミノオキシド類；または

(2) 以下の  $N$ -アルキルベタイン類であって、

【0041】

【化13】

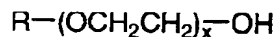


【0042】ここで、 $x$  は  $1 \sim 4$  であり； $R_1$  は、 $C_8 - C_{22}$  のアルキル、アリール、またはアルキルアリールであり、直鎖状または分枝状であり、および  $-O-$ 、 $-N-$ 、 $-S-$ 、 $-C(O)-$ 、 $-C(O)O-$ 、 $-C(O)N-$ 、 $-S(O)_2N-$ 、または不飽和基を含有してもよく； $R_2$  および  $R_3$  が  $H$ 、 $C_1 - C_4$  アルキル、 $C_1 - C_4$  ヒドロキシアルキル、およびアルキル部分が  $C_1 - C_4$  であるカルボキシアルキルから成る群から選択され；および  $R_2$  および  $R_3$  が連結して、 $N$ 、 $O$ 、 $S$  から成る群から選択されるヘテロ原子を含有してもよい  $5 \sim 6$  員環構造を形成してもよい  $N$ -アルキルベタイン類；

(3) 以下のエトキシル化された長鎖アルコール類であって、

【0043】

【化14】

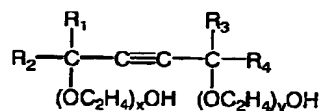


【0044】ここで、 $R$  は、 $C_8 - C_{22}$  のアルキル、アリール、またはアルキルアリールであり、直鎖状または分枝状であり、および  $-O-$ 、 $-N-$ 、 $-S-$ 、 $-C(O)-$ 、 $-C(O)O-$ 、 $-C(O)N-$ 、 $-S(O)_2N-$ 、または不飽和基を含有してもよく； $x$  は  $2 \sim 100$  であるエトキシル化された長鎖アルコール類；または

(4) 以下のアセチレンジオール類であって、

【0045】

【化15】

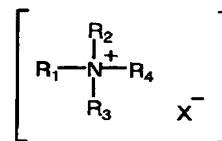


【0046】ここで、 $x+y$  は  $1 \sim 100$ 、好ましくは  $4 \sim 50$  であり； $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$  および  $R_4$  は、直鎖状または分枝状である  $C_1 - C_{20}$  のアルキル、アリールおよびアルキルアリールの群から独立に選択されるアセチレンジオール類；および

(5) 以下の長鎖アミン塩であって、

【0047】

【化16】



【0048】ここで、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、および  $R_4$  が、 $H$ 、 $C_1 - C_4$  アルキル、 $C_1 - C_4$  ヒドロキシアルキル、アルキル部分が  $C_1 - C_4$  であるカルボキシアルキル、ポリエチレンオキシド、および直鎖状または分枝状の  $C_8 - C_{22}$  アルキル、アリールまたはアルキルアリールからなる群から独立に選択され、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、および  $R_4$  のいずれか2つが連結して  $N$ 、 $O$ 、 $S$  からなる群から選択されるヘテロ原子を含有してもよい  $5 \sim 6$  員環構造を形成してもよいことを条件とし、および少なくとも1つの  $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、および  $R_4$  が直鎖状または分枝状の  $C_8 - C_{22}$  アルキル、アリールまたはアルキルアリールであることをさらに条件とし； $X$  が対イオンであり、および、有機酸および塩酸、硫酸、リン酸、硝酸等のような無機酸の共役塩基からなる群から選択されてもよい長鎖アミン塩類；およびそれらの混合物である。

【0049】グループ(1) および(2)の界面活性剤は、両性界面活性剤に分類される。アミノオキシド類の具体的な例は、Stepan Co. による Ammonyx (登録商標) CO (セチルジメチルアミノオキシド)、Stepan Co. による Ammonyx (登録商標) MCO (ミリスチルセチルジメチルアミノオキシド)、Henkel Corp. による Standamox (登録商標) CAW (ココアミドプロピル(cocoamidopropyl)ジメチルアミノオキシド) およびその他同様のものを含む。 $N$ -アルキルベタイン類の具体的な例は Chemron Co. による Chembetaine (登録商標) C (ココアミドプロピルベタイン)、Chemron Co. による Chembetaine (登録商標) L (ラウラミドプロピル(lauramidopropyl)ベタイン)、The McIntyre Group Ltd. による Macham (登録商標) OB-30 (オレイルベタイン)、Lonza Inc. による Amphoterge (登録商標) K-2 (ココアンフォジプロピオナート(cocoamphodipropionate) 2ナトリウム塩)、およびその他同様のものを含む。

【0050】グループ(3) および(4)の界面活性剤は、非イオン性界面活性剤に分類される。グループ(3)の有用な界面活性剤の例は、Union Carbide Co. による Tergitol (登録商標) 15S-7 ( $C_{11} - C_{15}$  の第2級アルコー



ルエトキシレート)、VistaChemical Co.によるAlfonic (登録商標) 610-50R (エトキシ化された直鎖状アルコール (50%エチレンオキシド、HLB=10.0))、Rhône-Poulanc Co. によるAlkamuls (登録商標) S (エトキシ化されたステアリン酸 (HLB=11.2))、およびその他同様のものを含む。グループ(4)の界面活性剤(アセチレンジオール類)の例は、Air Products & Chemicals Inc. によるSurfynol (登録商標) 104 (テトラメチルデシンジオール)、Surfynol (登録商標) 440 (エトキシ化されたテトラメチルデシンジオール (HLB=8.0))、Surfynol (登録商標) 485 (エトキシ化されたテトラメチルデシンジオール (HLB=17.0))、その他同様のものを含む。

【0051】グループ(5)の界面活性剤は、カチオン性界面活性剤に分類される。本発明において効果的に用いることができるカチオン性界面剤は、N-アルキルトリメチルアンモニウムクロリド、N,N-ジアルキルジメチルアンモニウムクロリド、Witco Corp. によるVariquat (登録商標) 66 (タロウ(tallow)アルキルビス(ポリエトキシ)エチルアンモニウムエチル硫酸塩)、Witco Corp. によるVariquat (登録商標) 638 (メチルビス(2-ヒドロキシエチル)ココ(coco)アンモニウムクロリド)、およびその他同様のものを含む。

【0052】グループ(1)~(5)の界面活性剤は、本発明のインキの酸性pH(7.0未満)およびカチオンの性質に適合性がある。これらの界面活性剤の混合物もまた、本発明において有用である。インキの総重量を基準として約0.1重量%から約10重量%までの界面活性剤の濃度が、斑点を軽減することにおいて有効であり、インキの総重量を基準として約0.3重量%から約3重量%が好ましい。

#### 【0053】他の成分

本発明の必要条件と調和して、種々のタイプの添加剤を用いて、具体的な用途に関してインキ組成物の特性を最適化してもよい。ポリマーフィルムを形成する結合剤材料を添加して、汚れ抵抗性を改良してもよい。当業者によく知られているように、インキ組成物内で殺生剤を用いて微生物の繁殖を防止してもよい。同様にEDTAのような金属イオン封鎖剤を含んで、重金属不純物の有害な影響を除去してもよい。湿潤剤、粘度調整剤、および他のアクリル性または非アクリル性ポリマーのような他の知られている添加剤が添加されて、インキ組成物の種々の特性が望ましく改良される。

#### 【0054】インキ特性および調製

本発明のインキ組成物は、他のインクジェットインキと同様の方法で調製されてもよい。最初に選択された着色剤を水性ビヒクル中でカチオン性分散剤と予備混合し、そしてその着色剤-分散剤混合物を水性ビヒクル中で分散する。分散工程は、水平ミニミル(horizontal mini mill)、ボールミル、磨砕機中で行ってもよく、またはそ

の混合物を、少なくとも5,000psiの液体圧力において、液体ジェット相互作用チャンバー(liquid jet interaction chamber)内の複数のノズルを通過させて水性ビヒクル中の顔料粒子の均一な分散物を生成してもよい。

【0055】着色剤分散物を濃厚な形態で作成し、引き続いてそれを、特定の用途に関する望ましい粘度、色彩、色調、濃度、および印刷区域付着量(print area coverage)に関する望ましい(本発明の界面活性剤のような)添加物を含有する適当な液体で希釈することが一般的に望ましい。

【0056】インキ滴の速度、1滴の体積および流動安定性は、インキの表面張力および粘度に大きく影響される。インクジェット印刷システムにおける使用に適当なインクジェットインキは、20℃において、約20ダイン/cmから約80ダイン/cmの範囲内、およびより好ましくは約25ダイン/cmから約75ダイン/cmの範囲内の表面張力を有するべきである。許容される粘度は、20℃において、20cP以下であり、および好ましくは約1.0cPから約10.0cPの範囲内である。

#### 【0057】

【実施例】分散剤1: メタクリル酸ベンジル-β-ジメチルアミノエチルメタクリレート-co-エトキシトリエチレングリコールメタクリレート(10//20/3の重合度)

12リットルのフラスコに、メカニカル・スターラー、温度計、N<sub>2</sub>吸気口、乾燥管排気口、および滴下ロートを取り付けた。テトラヒドロフラン(THF)3072.1グラムおよびメシチレン11.4グラムをそのフラスコに装填した。触媒であるテトラブチルアンモニウムm-クロロ安息香酸塩の1.0Mアセトニトリル溶液の3.0mlを次に添加した。開始剤である1-メトキシ-1-トリメチルシロキシ-2-メチルプロペン156.3グラム(0.90モル)を注入した。供給I[2-ジメチルアミノエチルメタクリレート(DMAEM)2827.3グラム(18.0モル)およびエトキシトリエチレングリコールメタクリレート(ETEGMA)668.3グラム(2.72モル)の混合物]を0.0分に開始し、そして45分間にわたって添加した。(99%を超えるモノマーが反応した)供給I終了100分後に、供給II[メタクリル酸ベンジル(BzMA)1583.8グラム(8.99モル)]を開始し、そして30分間にわたって添加した。400分において、上述の溶液に155.0グラムの乾燥メタノールを添加して、蒸留を開始した。合計1066グラムの溶剤を除去して、69.8%のポリマー溶液を得た。

【0058】分散剤2: メタクリル酸ベンジル-B-メタクリル酸(15//10の重合度)

5リットルのフラスコに、メカニカル・スターラー、温

度計、N<sub>2</sub> 吸気口、乾燥管排気口、および滴下ロートを取り付けた。THF 1481.3g、開始剤の1,1-ビス(トリメチルシロキシ)-2-メチルプロペン 100.1g (0.43モル)、およびメシチレン 4.93g をそのフラスコに装填した。触媒であるテトラブチルアンモニウムm-クロロ安息香酸塩の1.0Mアセトニトリル溶液を1.2mlを次に添加した。供給I [THF 5.6g に溶解したテトラブチルアンモニウムm-クロロ安息香酸塩 1.0M 溶液 1.2ml] を開始し、そして130分間にわたって添加した。供給II [トリメチルシリルメタクリレート 681.4g (4.31モル)] を0.0分に開始し、そして30分間にわたって添加した。(98%を超えるモノマーが反応した) 供給IIIの終了30分後に、供給III [BzMA 1138.1g (6.46モル)] を開始し、60分間にわたって添加した。(99.7%を超えるモノマーが反応した) 180分において、300.5g のメタノールを添加し、そして蒸留を開始した。合計 710.4g の溶剤を除去して、51.8%のポリマー溶液が得られた。

【0059】結合剤1: エトキシトリエチレングリコールメタクリレート-co-ジメチルアミノエチルメタクリレート (80/20重量%)

12リットルのフラスコに、メカニカル・スターラー、窒素吸気口、乾燥管排気口、および滴下ロートを取り付けた。THF 1700g と; p-キシレン 18g と; テトラブチルアンモニウムm-クロロ安息香酸塩の1.0MのTHF溶液 2.6mlとを、そのフラスコに装填した。開始剤の1-メトキシ-1-トリメチルシロキシ-2-メチルプロペン 150g を注入した。供給I [ETEGMA 3448g、およびDMAEMA 862g] を開始し、そして60分間にわたって添加した。さらに30分の後に、全てのモノマーが消費された。その反応をメタノール 69g を用いて停止した。濃リン酸 561ml および脱イオン水 3736g を、数回にわけてそのフラスコに投入した。同時に、その内容物は還流を起こし、蒸気温度が99℃を超えるまで揮発性物質を蒸留して除去した。これは、約 5,000 の分子量を有するETEGMA/DMAEMA ランダムポリマーのリン酸塩を水中の固形分約 57% で生成した。

【0060】結合剤2: メタクリル酸ベンジル-co-エトキシトリエチレングリコールメタクリレート-co-ジメチルアミノエチルメタクリレート (20/60/20重量%)

5リットルのフラスコに、メカニカル・スターラー、窒素吸気口、乾燥管排気口、および滴下ロートを取り付けた。THF 850g と; p-キシレン 4g と; テトラブチルアンモニウムm-クロロ安息香酸塩の1.0MのTHF溶液 0.9mlとを、そのフラスコに装填

した。開始剤の1-メトキシ-1-トリメチルシロキシ-2-メチルプロペン 31g を注入した。供給I [BzMA 178g; ETEGMA 534g; およびDMAEMA 178g] を開始し、そして100分間にわたって添加した。さらに80分の後に、残余のモノマーは検出されなかった。その反応をメタノール 57g を用いて停止した。つぎに、揮発性溶剤を蒸留して除去し、そして2-ピロリドンおよびN-メチルピロリドンの混合物により置換して、2-ピロリドン 27.55%、N-メチルピロリドン 5.20%、および残余のTHF 2.50%とともに、約 5,000 の分子量のBzMA/ETEGMA/DMAEMA 3元重合体 (重量比 20/60/20) 58.26% を含有するポリマー溶液を得た。

【0061】得られたポリマー溶液 1706.2g を、131.22g のリン酸 (85.4%)、8.31g の安息香酸、および1004.6g の脱イオン水と、透明な溶液が得られるまで混合した。これは、39.02%の前記3元重合体のリン酸塩を含有するポリマー溶液を製造した。

【0062】分散物1: 分散剤1 (343.8g)、360.0g のEnduraphthal (登録商標) blue BT-617D 顔料 (Cookson Pigment Co., Newark, NJ)、および38.3g のジエチレングリコールを混合し、その混合物を次に2本ロール機に装填し、そして30分間にわたって処理した。これは、顔料 56.4% とポリマー 37.6% とを含有する顔料チップを作成した (すなわち、それは1.5/1の顔料対ポリマー比 (P/D) を有した)。粉碎されたチップ 200g を、次に、中和剤としてリン酸 (86%) 26.91g および殺生剤として安息香酸 1.89g 523.2g とともに、脱イオン水中に溶解し、5.16のpHにおいて顔料 15% を含有する水性顔料分散物濃厚液を作成した。

【0063】分散物2: 分散剤1の代りに463.3g の分散剤2を用いたことを除いて分散物1の方法を繰り返して行い、顔料 56.4% とポリマー 37.6% とを含有する顔料チップを作成した (すなわち、それは1.5/1の顔料対ポリマー比 (P/D) を有した)。粉碎されたチップ 200g を、次に、中和剤として水酸化カリウム (45%の脱イオン水の溶液) 27.46g および殺生剤としてProxel GXL (ICI Americas, Inc., Wilmington, DE) とともに、522.54g の脱イオン水中に溶解し、8.2のpHにおいて顔料 15% を含有する水性顔料分散物濃厚液を作成した。

【0064】分散物3: 青色顔料の代りに360.0g のSunfast (登録商標) magenta 122 顔料 (Sun Chemical Corp., Cincinnati, OH) を用いたことを除いて分散物1の方法を繰り返して行い、顔料 56.4% とポリマー 37.6% とを含有する顔料チップ (P/D=1.

5/1)を作成した。分散物1において記載したように、粉碎されたチップをリン酸を用いて中和かつ希釈して、15%のカチオン性マゼンタ分散物を製造した。

【0065】分散物4: 214.9グラムの分散剤1、150.0gのIrgalite (登録商標) LBS Yellow 174顔料(Ciba Geigy Corp., Newport, DE)を混合し、その混合物を2本ロール機に装填し、そして30分間にわたって処理した。これは、顔料50%とポリマー50%とを含有する顔料チップ(P/D=1/1)を作成した。分散物1において記載されたように、次に粉碎されたチップをリン酸を用いて中和かつ希釈して、15%のカチオ

ン性黄色分散物を製造した。

【0066】分散物5: Sunbrite (登録商標) Yellow 13 顔料(Sun Chemical Corp., Cincinnati, OH)を用いたことを除いて分散物4の方法を繰り返して行った。

【0067】(実施例1)インキ1~6

インキ#1: 10~15分間にわたってマグネティック・スターラーで攪拌して(磁氣的に攪拌して)成分を組み合わせることににより以下の処方の対照標準のインキを調製した。

【0068】

【表1】

成分	量(重量%)
分散物1	3.5
結合剤2	2.0
2-ビロリドン	6.0
Multranol (登録商標) 4012 (Miles Inc., Pittsburgh, PA)	2.5
テトラエチレングリコール	10.0
Givgard (登録商標) DXN (Givaudan-Roure Corp., Clifton, NJ)	0.1
残余の脱イオン水	

【0069】リン酸を用いて、インキのpHを3.22に調整した。インキは40.7ダイン/cmの表面張力およびBrookhaven BI-90粒子寸法測定機(Brookhaven Instrument Corp., Holtsville, NY)で測定したものととして114nmの平均粒子サイズを有する。

【0070】インキ#2: 両性界面活性剤Emcol (登録商標) 6748 (Witco Corp., New York, NY)を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#1の処方を繰り返して行った。

【0071】インキ#3: カチオン性界面活性剤Variquat (登録商標) 638 (Sherex Chemical Co., Inc., Dublin, OH)を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#1の処方を繰り返して行った。

【0072】インキ#4: カチオン性界面活性剤Variquat (登録商標) 66 (Sherex Chemical Co., Inc., Dublin, OH)を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#1の処方を繰り返して行った。

【0073】インキ#5: 非イオン性界面活性剤Tergitol (登録商標) 15S-7 (Union Carbide Chemical Co., Danbury, CT)を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#1の処方を繰り返して行った。

【0074】インキ#6: 両性界面活性剤Standamox (登録商標) CAW (Henkel Corp., Hoboken, NJ)を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#1の処方を繰り返して行った。

【0075】試験結果: インキを、3つのチャンバを有するサーマルのインクジェットペンに充填して、そしてHewlett Packard DeskJet 850 インクジェットプリンター(Hewlett Packard Co., Palo Alto, CA)を用いてChampion (登録商標) Datacopy紙(Champion International Corp., Stamford, CT)上に印字した。その印刷結果を下記に示す。

【0076】

【表2】

インキ	粘度 <sup>a</sup>	表面張力 <sup>b</sup>	斑点/エッジ 鋭さ <sup>f</sup>	にじみ <sup>c</sup>		クロマ/ 色相角 (単位/度) <sup>d</sup>	T-サイクル <sup>e</sup> (nm) 前/後
				C/C	C/K		
1	3.61	40.7	0	0	0	41.4/267.7	114/104
2	3.82	33.6	++	++	++	42.9/268.0	113/101
3	3.86	36.6	+	NA	NA	43.1/268.0	116/98
4	3.98	39.7	0	NA	NA	41.2/268.2	118/98
5	4.11	31.5	++	++	++	43.5/268.3	109/98
6	4.02	34.0	++	++	++	43.7/266.6	103/98

【0077】a 粘度は、25℃におけるセンチボイズ単位で報告され、Brookfield デジタル粘度計、モデルDV-II上で測定した。

【0078】b 表面張力は、ダイン/cm単位で報告

され、Autotensionmat (登録商標)、モデル 215表面張力分析計(Fisher Scientific, Pittsburgh, PA)により測定された。

【0079】c C/Cにじみは本発明の2つの異なる

カラーインキの間の色対色のにじみを意味する。C/Kにじみは、本発明のカラーインキとHewlett Packard Co.によりプリンターに供給される商業的アニオン性顔料で着色された黒インキの間のにじみを意味する。

【0080】d 色の特性(クロマ、色相角(hue angle))は、Minolta Chroma Meter、モデル CR-221(Japan)を用いて測定された。

【0081】e T-サイクル: そのインキは、それが4回の温度サイクルに暴露された後にも安定であり、そのサイクルの各々は、-20℃において4時間および70℃において4時間で構成される。粒子サイズを、Brookhaven BI-90粒子寸法測定機(Brookhaven Instrument Corp., Holtsville, NY)で測定した。

【0082】f 0: 対照標準

+ : 検出可能な改良

++ : 著しい改良

インキ#4を除いて、本発明の全てのインキは、しみだらけに見える対照標準のインキよりも、非常に均一な外観を生じた。改良された濃度の均一性は、本発明のインキのより高いクロマの値にも反映されている。さらに、

カラー対カラーおよびカラー対黒色のにじみもまた、本発明のインキにおいて著しく改良されている。2つ以上のカラーインキを印刷することにより作成される2次色もまた、色濃度の改良された均一性に由来する総体的な色の品質において改良を示した。温度サイクルのデータにより証明されるように、全ての本発明のインキは、本発明の界面活性剤に対して安定である。

【0083】(実施例2)インキ7~8

インキ#7(対照標準): 結合剤2の代りに結合剤1を用いたことを除いてインキ#1の処方を繰り返して行った。

【0084】インキ#8: 非イオン性界面活性剤Surfynol(登録商標)485(Air Products and Chemicals, Inc., Allentown, CA)を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#7の処方を繰り返して行った。

【0085】試験結果: インキは実施例1のように試験された。

【0086】

【表3】

インキ#	粘度	表面 張力	斑点/エッジ 鋭さ	にじみ		クロマ/ 色相角 (単位/度)	T-サイクル(nm) 前/後
				C/C	C/K		
7	3.61	39.6	0	0	0	43.3/267.5	108/101
8	3.61	39.2	++	++	+	43.5/267.0	108/94

【0087】その結果は、インキ中で用いられる結合剤の種類は、本発明に含まれる成分の組み合わせに関してその改良に影響しないことを示す。

【0088】(実施例3)インキ9~15

インキ#9(対照標準): 10~15分間にわたってマ

グネティック・スターラーで攪拌して成分を組み合わせることにより以下の処方の対照標準のインキを調製した。

【0089】

【表4】

成分	量(重量%)
分散物2	2.5
2-ピロリドン	6.0
N-メチルピロリドン	6.0
Liponics(登録商標)EG-1(Lipo Chemical Co., Paterson, NJ)	5.0
テトラエチレングリコール	4.0
Muosept(登録商標)95(Huls America Inc., Piscataway, NJ)	0.5
100%にするための脱イオン水	

【0090】インキのpHを、KOHを用いて8.2に調整した。インキは50.5ダイン/cmの表面張力およびBrookhaven BI-90粒子寸法測定機で測定したものとして93nmの平均粒子サイズを有する。

【0091】インキ#10: 以下の例外とともにインキ#9の処方を繰り返して行った: 両性界面活性剤Ammonyx(登録商標)MCO(Stepan Co., Northfield, IL)を、インキの総重量を基準として1重量%添加した。

【0092】インキ#11: 両性界面活性剤Standamox(登録商標)CAWを、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#9の処方を繰り返して行った。

【0093】インキ#12: 両性界面活性剤オレイルアミンオキシドを、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#9の処方を繰り返して行った。

【0094】インキ#13: 両性界面活性剤Emcol(登録商標)6748を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#9の処方を繰り返して行った。

【0095】インキ#14: 非イオン性界面活性剤Tergitol(登録商標)15S-7を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#9の処方を繰り返して行った。

【0096】インキ#15：非イオン性界面活性剤Surfynol（登録商標）485 を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#9の処方を繰り返して行った。

【0097】試験結果：インキは実施例1のように試験された。

【0098】

【表5】

インキ#	粘度	表面 張力	斑点/エッジ		光学 濃度E	T-サイクル (nm) 前/後
			鋭さh	裏抜けi		
9	2.96	50.5	0	-	1.06	93/86
10	3.21	33.5	--	--	0.88	83/83
11	3.06	35.9	--	--	0.96	93/75
12	3.21	32.4	--	--	0.89	81/81
13	2.88	37.3	--	--	1.00	80/83
14	3.29	31.8	--	--	0.88	80/83
15	3.11	43.7	--	--	0.95	93/80

【0099】g 光学濃度は、X-Rite濃度計モデル418 (X-Rite, Inc., Grandville, MI) を用いて測定した。

【0100】

h 0：対照標準

—：対照標準よりも著しく多く斑点がつき、かつ、ぼやけたエッジ

—：激しく斑点がつく

i 0：検出可能な裏抜け(strike-thru) なし

—：検出可能な裏抜け

—：激しい裏抜け

強い表面張力を有する対照標準（インキ#9）は、期待される通りに、紙の裏抜けがほとんどないことを示し、および印刷のエッジは鋭かった。しかし、ベタの区域塗

りつぶしては、しみだらけの、不均質な外観を有した。本発明による同等の界面活性剤は、これら対照のアニオン性インキの表面張力を著しく減少させた。これは著しく低下した光学濃度をもたらし、そしてより多くの紙の裏抜けが観察された。斑点がつくことおよびエッジの鋭さ、および総体的な外観は、否定的な挙動で劇的に影響された。

【0101】（実施例4）インキ16～20

インキ#16：10～15分間にわたってマグネティック・スターラーで攪拌して成分を組み合わせることにより以下の処方の対照標準のインキを調製した。

【0102】

【表6】

成分	量(重量%)
分散物3	2.5
Basonyl（登録商標）red NB560 (Basic Violet 11)染料 (BASF Corp., Clifton, NJ)	0.6
結合剤1	1.0
2-ピロリドン	7.3
N-メチルピロリドン	6.0
Multranol（登録商標）4012	1.5
Dantocol（登録商標）DHE	1.0
テトラエチレングリコール	8.7
100%にするための脱イオン水	

【0103】インキのpHを、リン酸を用いて3.02に調整した。インキは45.4ダイン/cmの表面張力およびBrookhaven BI-90粒子寸法測定機で測定した108nmの平均粒子サイズを有する。

【0104】インキ#17：両性界面活性剤Emcol（登録商標）6748を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#16の処方を繰り返して行った。

【0105】インキ#18：カチオン性界面活性剤Variquat（登録商標）638 を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#16の処方を繰り返して行った。

【0106】インキ#19：カチオン性界面活性剤Variquat（登録商標）66を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#16の処方を繰り返して行った。

【0107】インキ#20：非イオン性界面活性剤Tergitol（登録商標）15S-7 を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#16の処方を繰り返して行った。

【0108】試験結果：そのインキを、単一のチャンバを有するサーマルジェットインク印字ヘッドに充填し、そしてHewlett Packard DeskJet 500Cインクジェットプリンターを用いて、Champion Datacopy 紙の上に印刷し

た。

【0109】

【表7】

インキ#	粘度	表面張力	斑点/エッジ	光学濃度	T-サイクル(nm)
			の鋭さ		前/後
16	3.71	45.4	0	1.06	108/99
17	3.76	35.3	++	1.01	101/123
18	3.79	38.0	++	1.01	107/100
19	3.78	41.3	+	1.01	108/95
20	3.96	31.8	++	1.03	88/221

【0110】対照標準のインキが、光学濃度がわずかに高く測定された。しかし、その濃度は、不均一である様に見えて、そして全ての実施例のインキよりも、しみだらけの外観、およびエッジにおけるより多いフェザリング(feathering)を与えた。

【0111】(実施例5)インキ21

インキ#16が、この組の比較に関する対照標準でもあった。

【0112】インキ#21：両性界面活性剤Standamox(登録商標)CAWを、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#16の処方を繰り返して行った。

【0113】試験結果：これらのインキは実施例1のように試験された。

【0114】

【表8】

インキ#	粘度	表面張力	斑点/エッジ 鋭さ	にじみ		クロマ/ 色相角 (単位/度)	T-サイクル(nm) 前/後
				C/C	C/K		
16	3.71	45.4	0	0	++	64.5/347.2	108/99
21	4.02	43.3	++	0	++	62.9/348.1	108/91

【0115】赤色染料Basic Violet 11は、それに隣接して印刷されたときに、他の色の中にフェザリングし、かつにじんだ。クロマを著しく犠牲にすることなしに、色の均一性における劇的な改良が観察された。

【0116】(実施例6)インキ22~23

インキ#22：以下の例外を除いてインキ#16の処方を繰り返して行った：Basic Violet 11染料の代りにアニオン性染料Acid Red 52を用い、および殺生剤として0.25%の安息香酸を用いた。

【0117】インキ#23：両性界面活性剤Standamox(登録商標)CAWをインキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#22の処方を繰り返して行った。

【0118】試験結果：これらのインキは実施例1のように試験された。

【0119】

【表9】

インキ#	粘度	表面張力	斑点/エッジ 鋭さ	にじみ		クロマ/ 色相角 (単位/度)	T-サイクル(nm) 前/後
				C/C	C/K		
22	3.66	45.7	0	0	++	57.7/345.6	108/99
23	3.26	33.7	++	0	++	57.7/345.5	108/114

【0120】赤色染料Acid Red 52を含有するインキもまた、他の色がそこに隣接して印刷されたときに、それらの中にフェザリングし、かつにじんだ。クロマを著しく犠牲にすることなしに、色の均一性における劇的な改良が観察された。総体的な外観における改良に加えて、本発明のインキ#23のより低い表面張力がより速い乾燥をもたらしした。

【0121】(実施例7)インキ24~27

インキ#24：10~15分間にわたってマグネティック・スターラーで攪拌して成分を組み合わせることにより以下の処方の対照標準のインキを調製した。

【0122】

【表10】

成分	量 (重量%)
分散物 4	4.5
結合剤 2	2.5
2-ピロリドン	4.9
Multiranol (登録商標) 4012	2.5
テトラエチレングリコール	10.0
Givgard (登録商標) DXN	0.1
100%にするための脱イオン水	

【0123】インキのpHを、リン酸を用いて3.16に調整した。

【0124】インキ#25: 両性界面活性剤Standamox (登録商標) CAW を、インキの総重量を基準として2重量%添加したことを除いて、インキ#24の処方を繰り返して行った。

【0125】インキ#26: 分散物4の代りに分散物5を用い、および両性界面活性剤Standamox (登録商標) CAW を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#24の処方を繰り返して行った。

た。

【0126】インキ#27: 分散物4の代りに分散物5を用い、および両性界面活性剤Tergitol (登録商標) 15S-7 を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#24の処方を繰り返して行った。

【0127】試験結果: これらのインキは実施例1のように試験された。

【0128】

【表11】

インキ#	粘度	表面張力	斑点/エッジ 鋭さ	にじみ		クロマ/色相角 (単位/度)	T-サイクル (nm) 前/後
				C/C	C/K		
24	6.28	40.1	0	0	++	78.3/96.9	122/81
25	7.98	28.8	0	++	++	82.8/96.2	122/74
26	5.04	32.6	0	++	++	83.0/96.3	121/107
27	5.61	31.6	0	++	++	81.0/96.6	121/104

【0129】黄色のインキのような非常に淡い色に関するエッジの鋭さは観察するのが非常に困難であり、したがって他の色に関するほど重大ではない。しかし、斑点がつくことおよび色の付着量に関して本発明により提供される改良は、界面活性剤を用いなかった対照標準のインキとの比較において増大したクロマ値により証明される。

【0130】(実施例8) インキ28~31

インキ#28: 10~15分間にわたってマグネティック・スターラーで攪拌して成分を組み合わせることにより以下の処方の対照標準のインキを調製した。

【0131】

【表12】

成分	量 (重量%)
分散物 3	3.0
2-ピロリドン	7.3
N-メチルピロリドン	6.0
Multiranol (登録商標) 4012	1.5
Dantocol (登録商標) DHE	1.0
テトラエチレングリコール	8.7
安息香酸	0.25
残余の脱イオン水	

【0132】インキのpHを、リン酸を用いて3.29に調整した。

【0133】インキ#29: 両性界面活性剤Standamox (登録商標) CAW を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#24の処方を繰り返して行った。

【0134】インキ#30: 非イオン性界面活性剤Tergitol (登録商標) 15S-7 を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いてインキ#28の処方を

繰り返して行った。

【0135】インキ#31: 両性界面活性剤Emcol (登録商標) 6748を、インキの総重量を基準として1重量%添加したことを除いて、インキ#24の処方を繰り返して行った。

【0136】試験結果: これらのインキは実施例4のように試験された。

【0137】

【表13】

インキ#	表面		斑点/エッジ の鋭さ	光学 濃度	クロマ/色相角 (単位/度)	T-サイクル(nm) 前/後
	粘度	張力				
28	3.57	46.3	0	0.73	46.7/346.4	105/101
29	3.77	35.0	++	0.78	50.2/346.3	103/100
30	4.18	32.8	++	0.77	49.9/345.0	90/138
31	3.91	35.5	++	0.77	49.5/346.4	99/140

【0138】対照標準のインキ#28は、紙の中へのインキの不均一な侵入に起因する激しく斑点がつくことおよびフェザリングに起因する劣悪なエッジの鋭さを示した。低い表面張力を有する全ての本発明のインキは、速やかに乾燥し、より均一でかつより高い濃度、および著しく改良した総体的な外観のためのよりシャープなエッジの鋭さを生成した。対照標準のインキに対して実施例のインキのより高いクロマ値もまた、観察された出力の改良と調和している。この試験は、本発明の効果を達成するために結合剤が必要ないことを証明した。温度サイクリングによりフロキュレーションすなわち沈降するこ

とが観察されない事実および粒子サイズのデータにより証明されるように、すべての実施例のインキは本発明の界面活性剤に対して安定である。

#### 【0139】

【発明の効果】本発明のインキは、光学濃度、分散安定性、クロマを犠牲にすることなく、無地の紙の基体上の改良された斑点が無くエッジの鋭い外観を示す。いくつかの場合において、本発明のインキは改良されたクロマおよび改良された2次色を示す。本発明のインキは、種々のインクジェットプリンターにおいて用いることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 ボール フェリス レボア  
アメリカ合衆国 97330 オレゴン州 カ  
ーヴァリース ノースウエスト 29ティ  
ーエイチ ストリート 2215